

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS

Departamento de Física de Materiales



**CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL, MICROMECAÍNICA Y TRIBOLÓGICA
DE ACEROS DUAL PHASE DE ALTA RESISTENCIA SOMETIDOS A PROCESOS DE
PERFILADO EN FRÍO**

**MICROSTRUCTURAL, MICROMECHANICAL AND TRIBOLOGICAL
CHARACTERIZATION OF HIGH STRENGTH DUAL PHASE STEELS SUBJECTED TO
COLD ROLL FORMING PROCESSES**

Máster Universitario en Física Aplicada

MERITXELL RUIZ ANDRÉS

meritxellruiz@cenim.csic.es

Director: **Dr. Ignacio García Diego**

igarcia@cenim.csic.es

Departamento de Ingeniería de Superficies, Corrosión y Durabilidad

Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM-CSIC)

Este trabajo ha sido realizado gracias a la
financiación proporcionada por el programa INNPACTO
(MICINN-MINECO), IPT 020000-2010-020.

ÍNDICE

Resumen

Listado Palabras Clave

| | |
|--|----|
| 1. Introducción..... | 1 |
| 1.1 Perfilado..... | 1 |
| 1.1.1 Perfilado Convencional..... | 1 |
| 1.1.2 Perfilado Variable..... | 2 |
| 1.2 Aceros Avanzados de Alta Resistencia (AHSS)..... | 2 |
| 1.2.1 Aceros Dual Phase..... | 3 |
| 1.3 Desgaste..... | 5 |
| 2. Objetivos..... | 8 |
| 3. Procedimiento Experimental..... | 9 |
| 4. Resultados y Discusión..... | 13 |
| 4.1 Resultados Caracterización Microestructural..... | 13 |
| 4.1.1 Microestructura..... | 13 |
| 4.1.2 Fracción Volumétrica de las Fases..... | 17 |
| 4.1.3 Microtextura..... | 18 |
| 4.2 Resultados Caracterización Micromecánica..... | 26 |
| 4.2.1 Ultramicrodureza..... | 26 |
| 4.3 Resultados Caracterización Tribológica..... | 31 |
| 4.3.1 Factor de Desgaste..... | 31 |
| 4.3.2 Coeficiente de Fricción..... | 33 |
| 5. Conclusiones..... | 35 |
| 6. Trabajo Futuro..... | 36 |
| 7. Referencias..... | 37 |

Resumen

El sector de la automoción ha impulsado numerosos desarrollos en el campo de los materiales, específicamente aceros, para disminuir el peso en sus estructuras y, por tanto, el consumo de combustible y las emisiones de CO₂ a la atmósfera. Uno de estos nuevos aceros que ha despertado mayor interés es el acero dual-phase, perteneciente a la familia de aceros avanzados de alta resistencia (AHSS, Advanced High Strength Steels), debido a su composición de ferrita y martensita la cual otorga a este acero una elevada resistencia con una excelente ductilidad. Sin embargo, los aceros dual-phase presentan cierta dificultad a la hora de someterse a un proceso de conformado en frío como es el perfilado de geometría variable, proceso usual para la fabricación de piezas estructurales de los automóviles. En el presente trabajo se ha llevado a cabo una extensa caracterización microestructural (mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y utilizando la técnica de electrones retrodispersados (EBSD)), mecánica (mediante ensayos de ultramicrodureza) y tribológica (mediante ensayos de ball-on-disc) con la finalidad de optimizar los procesos de conformado en frío de aceros dual-phase.

Abstract

The automotive industry has prompted many developments in the field of materials, particularly steels, to reduce the weight in their structures and, therefore, to reduce fuel consumption and CO₂ emissions during the manufacturing of car bodies. One of these new advanced high strength steels (AHSS) is the dual-phase steel, that due to its composition of ferrite and martensite phases provide a high strength with excellent ductility. However, dual-phase steels present some difficulty when they are subjected to a cold forming process such as variable geometry roll-forming, that is a usual process for the manufacture of structural parts of automobiles. The present work shows the extensive microstructural characterization (by optical microscopy, scanning electron microscopy and using backscattered electron technique (EBSD)), mechanical (by ultramicrohardness tests) and tribological (by ball-on-disc test) carried out in order to optimize the cold forming processes of dual-phase steels.

Palabras clave

Acero dual-phase; ferrita; martensita; conformado; perfilado; MEB; EBSD; ultramicrodureza; desgaste.

Key words

Dual-phase steel; ferrite; martensite; forming process; roll-forming; SEM; EBSD; ultramicrohardness; wear.

1.INTRODUCCIÓN

Actualmente casi la totalidad del chasis de un automóvil se fabrica por embutición y sucesivas operaciones de corte y doblado. Éste es un proceso productivo pero poco flexible ante grandes variaciones de geometría. Debido a esta restricción y con la finalidad de solventar esta situación, se ha desarrollado un proceso innovador conocido con el nombre de perfilado variable o no constante (del inglés Variable Roll Forming o Flexible Roll Forming) basado en la tecnología de perfilado de chapa mediante rodillos que posibilita la fabricación de perfiles con una sección transversal no constante. Sin embargo, se trata de un proceso reciente en el que todavía no se conocen en profundidad sus limitaciones y, por lo tanto, existen complicaciones que hacen que la pieza final contenga a menudo errores geométricos no tolerables por el sector de la automoción.

1.1 Perfilado

1.1.1 Perfilado convencional

La técnica de perfilado convencional es un proceso de doblado continuo en el que la chapa se conforma secuencialmente a medida que ésta va pasando entre pares de rodillos (figura 1, [1]) y, como resultado, se obtienen gran variedad de perfiles de sección constante en su longitud.

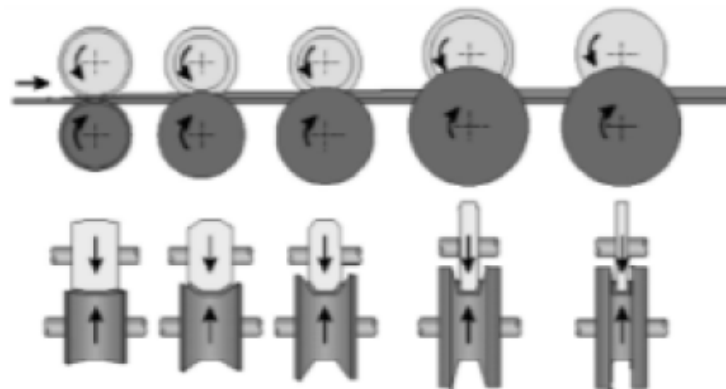


Fig.1 Secuencia de perfilado en U [1]

Se trata de una técnica de fabricación muy utilizada con gran impacto económico, puesto que el 8% de los 700 millones de toneladas de acero producido anualmente en el mundo se realiza mediante perfilado [2], siendo su campo de aplicación industrial muy amplio, cuyos principales sectores son la construcción, la automoción, la industria aeronáutica y el mobiliario [3]

1.1.2 Perfilado variable

Por su lado, el perfilado variable se caracteriza por dar a los rodillos un movimiento transversal y un giro sincronizado con el avance longitudinal de la chapa, con el fin de recrear una trayectoria de los rodillos de perfilado y así fabricar piezas con sección variable a lo largo de su longitud (figura 2).

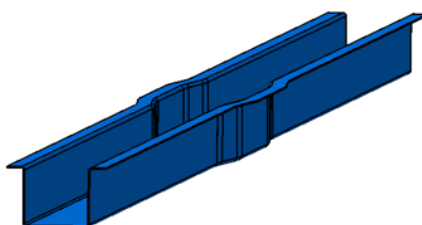


Fig.2 Ejemplo de una perfil de ancho variable en pieza recta

El problema tiene lugar en las zonas de transición del perfil, donde aparecen ondulaciones debidas a la tracción y compresión del material, con sus consiguientes errores geométricos, muy elevados, especialmente para piezas con radio de transición pequeño (piezas típicas del sector de la automoción).

1.2 Aceros Avanzados de Alta Resistencia (AHSS)

Uno de los componentes más importantes a la hora de optimizar un proceso de fabricación, como es el perfilado variable, es una correcta caracterización de los materiales que serán empleados. El sector de la automoción demanda un menor peso en sus estructuras para reducir el consumo de combustible y con ello las emisiones de CO₂ a la atmósfera [4-16] . Esta reducción de peso se consigue por la incorporación de nuevos materiales con mejores prestaciones, como los aceros avanzados de elevada resistencia (AHSS; del inglés Advanced High Strength Steels).

Dentro de la familia de estos aceros (figura 3) encontramos cinco tipos distintos de aceros: DP (Dual-Phase), TRIP (TRansformation-Induced Plasticity), CP (Complex Phase), MS

(MartenSitic) y TWIP (TWinning-Induced Plasticity).

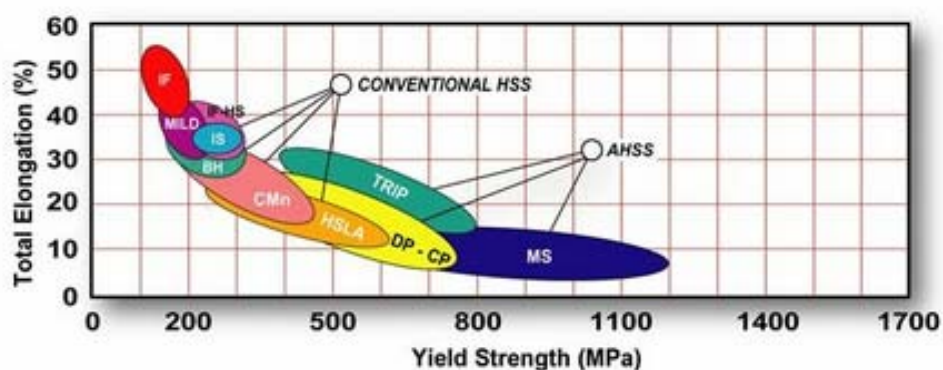


Fig.3 Clasificación de las familias de aceros de alta resistencia convencionales (HSS) y avanzados (AHSS), [17].

1.2.1 Aceros Dual Phase

Los aceros dual phase (figura 4) se caracterizan por tener una microestructura formada por una matriz ferrítica (entre 75-85 vol% ferrita [18]) que contiene una fracción variable de fase secundaria martensítica en forma de islas [16, 19-28]; además de otras fases dispersas en menor relación como bainita, perlita y austenita retenida [25, 27].

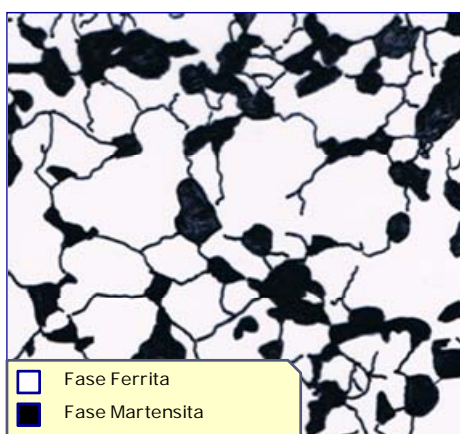


Fig.4 Esquema de la microestructura típica del acero DP

La fase ferrítica es blanda y, generalmente, continua, proveyendo una excelente ductilidad. Por su parte, la fracción de segunda fase martensítica (fase dura) aumenta con el incremento de la resistencia deseada del acero [26, 27, 29].

Los DP son esencialmente aceros de bajo contenido en carbono [30, 31] y que se procesan por

enfriamiento controlado (figura 5), es decir, inicialmente son sometidos a un recocido intercrítico (entre A_{c1} y A_{c3} en el dominio bifásico ferrita + austenita) seguido de un enfriamiento lo suficientemente rápido como para transformar la austenita en martensita (temple) y posterior recocido [18, 22, 27, 32, 33], manteniendo una elevada resistencia.

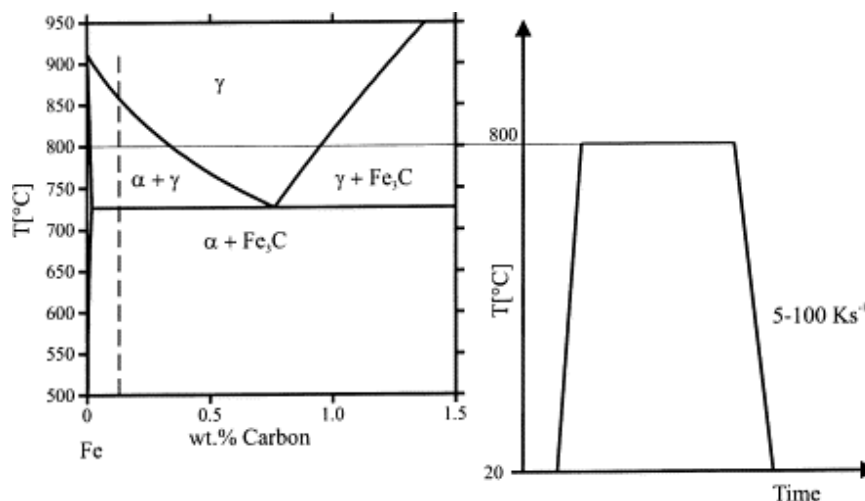


Fig.5 Procedimiento típico de producción del acero DP[34]

Sus propiedades más significativas son su elevada resistencia a tracción, su buena capacidad de alargamiento y su endurecimiento por deformación; además presentan buena ductilidad y un bajo límite elástico. Dichas propiedades dependen de la cantidad de las fases en la microestructura (si la fracción de volumen de la fase martensítica aumenta, la resistencia del acero crece), del tamaño de grano de la matriz ferrítica (cuanto más fino sea el tamaño de grano, mayor será la resistencia), de la temperatura del tratamiento intercrítico y también del contenido en carbono (permite la formación de la fase martensita a velocidades de enfriamiento aceptables debido a su efecto en la templabilidad del material y ejerce, a su vez, un efecto endurecedor sobre la misma) [27].

La nomenclatura utilizada para definir a los aceros dual phase consiste en las iniciales del acero seguido de un número que corresponde a la resistencia máxima que puede alcanzar. Existen diversos tipos de aceros dual phase, los cuales varían su resistencia máxima entre 550 y 1200 MPa atendiendo a sus niveles de resistencia, capacidad de absorción de energía y complejidad de las partes.

Los aceros utilizados en este trabajo son un DP600 y un DP1000. A pesar de que ambos poseen idéntico módulo elástico y coeficiente de Poisson (207GPa y 0.33), el alargamiento difiere bastante entre uno u otro acero (20% para DP600 y 8% DP1000) [22], así como el

porcentaje de fracción volumétrica de la fase martensita (13.4 % para el DP600 [11] y 28% para el DP1000 [35]).

1.3 Desgaste

Otro factor a tener en cuenta en el conformado es la interacción entre el material a procesar y los rodillos de laminación o de conformado. Además del problema asociado al propio desgaste de los rodillos, también es importante el efecto en la chapa procesada puesto que normalmente se requiere que no se produzcan defectos superficiales durante el procesado.

Los modelos convencionales de desgaste y cálculo de temperaturas se desarrollaron teniendo en cuenta un contacto y, por lo tanto, una generación del calor continua, siendo los parámetros que definen las condiciones necesarias para la realización de los ensayos la velocidad de deslizamiento lineal y la carga aplicada [36].

Estos modelos están basados en los ensayos tipo pin/bola-sobre-disco [36] y en realidad, sólo son válidos en el caso que se quiera estudiar el comportamiento frente al desgaste del pin o bola y no del disco. Entonces, para determinar cuál es el desgaste del disco, será necesario tener en cuenta un nuevo parámetro operacional, la frecuencia de rotación del propio disco.

En los ensayos de bola-sobre-disco no es lo mismo el desgaste sufrido por la bola que el del disco y es debido a que la bola se encuentra en continuo contacto con el disco durante la realización de todo el ensayo, mientras que el disco entra en contacto con la bola cada vez que ésta pasa por cada uno de los puntos del surco (figura 6).

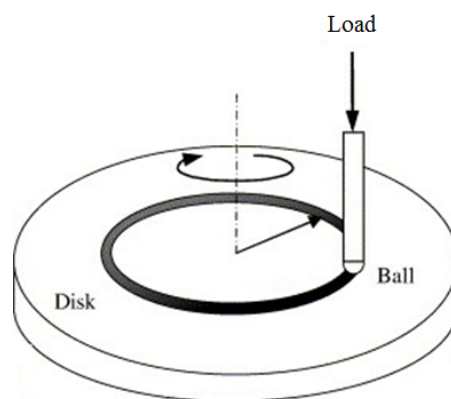


Fig.6 Ensayo tipo bola- sobre-disco

El movimiento relativo entre la bola y el disco determina la velocidad de deslizamiento lineal. Por su parte, la frecuencia determina el tiempo de contacto sucesivo de la bola con cada punto

del surco del disco. Ambos parámetros (velocidad y frecuencia) están relacionados entre sí mediante el diámetro del surco según la ecuación 1 [37, 38].

$$v = \pi f D \quad (1)$$

Ashby [39, 40] construyó los mapas de desgaste para identificar los mecanismos de desgaste dominantes para ciertas condiciones de velocidad de deslizamiento lineal y carga aplicada (figura 7).

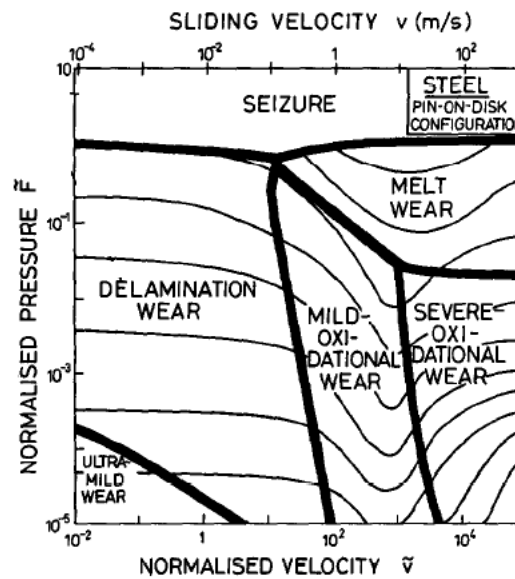


Fig.7 Mapa sobre los mecanismos de desgaste en ensayos tipo pin/bola-sobre-disco [39].

El desgaste oxidativo es un modo de desgaste que tiene lugar en la mayoría de los sistemas tribológicos en los que se usan materiales tecnológicos como los aceros o las aleaciones de aluminio [38]. Esta oxidación aparece en los puntos de contacto de las superficies de los dos cuerpos que están en contacto debido a un aumento local de la temperatura [41, 42].

Quinn [42-45] propuso un modelo para explicar dicho desgaste oxidativo para los ensayos de bola-sobre-disco, pero centrándose sólo en el comportamiento de la bola. Este modelo relaciona el factor de desgaste con parámetros usuales como la carga aplicada y distancia deslizada, y presenta una relación inversamente proporcional entre el factor de desgaste y la velocidad de deslizamiento (ecuación 2); además, tiene en cuenta la ley de crecimiento del óxido.

$$W = \frac{d \cdot A_c \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT_f}\right)}{\xi^2 \cdot \rho^2 \cdot v} \cdot \frac{F}{H} \cdot L \quad (2)$$

Recientemente García et. al [38] propuso una modificación del modelo oxidativo de Quinn con la finalidad de poder explicar el comportamiento del disco bajo los ensayos de desgaste tipo bola-sobre-disco, en el que el factor de desgaste está relacionado de manera inversamente proporcional con la frecuencia de contacto (ecuación 3). La relación con la velocidad de deslizamiento lineal aparece en la expresión de la temperatura flash, es decir, la temperatura máxima alcanzada en los puntos de contacto.

$$W = \frac{A_c \exp(-Q/RT_f)}{\xi^2 \rho^2 f} \frac{F}{H} L \quad (3)$$

2. OBJETIVOS

Los aceros dual phase, pertenecientes a la familia de aceros avanzados de alta resistencia, son unos de los materiales que mayor interés ha suscitado en los últimos años en el sector de la automoción debido a sus excelentes prestaciones. Sin embargo, se caracterizan por presentar ciertas dificultades a la hora de ser conformados por las técnicas empleadas por dicha industria, de ahí el interés por estudiarlo.

Así pues, el *objetivo principal* del presente trabajo consiste en estudiar el comportamiento del acero dual phase al ser sometido a un proceso de conformado en frío como es el perfilado de geometría variable, proceso usual para la fabricación de piezas estructurales de los automóviles. Este conocimiento se transferirá a empresas fabricantes para servir de base de mejoras en la simulación de los procesos de conformado.

Para la consecución de este objetivo, ha sido necesario estudiar y comprender el comportamiento del acero dual phase antes y después de ser sometido a un proceso de perfilado y para ello se ha realizado una extensa caracterización microestructural (mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y utilizando la técnica de electrones retrodispersados (EBSD)), micromecánica (mediante ensayos de ultramicrodureza) y tribológica (mediante ensayos de ball-on-disc).

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La observación de la microestructura del acero dual-phase se realizó mediante microscopía óptica convencional y microscopía electrónica de barrido. Al igual que en la caracterización mecánica y tribológica, todos los equipos utilizados pertenecen a los departamentos de Ingeniería de Superficies, Corrosión y Durabilidad y de Metalurgia Física del CENIM-CSIC.

El microscopio óptico utilizado es del tipo metalográfico invertido modelo Olympus Gx51 con una magnificación de hasta 1000x aumentos.

Para una mejor caracterización se recurrió a la microscopía electrónica de barrido, la cual proporciona imágenes con mayor resolución. El equipo empleado es un microscopio JEOL J8M6500 con filamento de emisión de campo tipo Schottky, equipado con detectores de electrones secundarios y electrones retrodispersados, así como de sistema de microanálisis por dispersión de energía de Oxford Inca. Este mismo microscopio se utilizó para la técnica de EBSD.

La técnica de difracción de electrones retrodispersados o técnica EBSD (Electron BackScattered Diffraction) es una potente herramienta para estudiar, entre otras cosas, microtexturas en materiales, es decir, determinar las orientaciones preferentes de los granos en determinadas direcciones cristalográficas [46]. Dicha técnica se basa en los diagramas de Kikuchi [46], los cuales están relacionados con la estructura cristalina del material y su orientación relativa con el haz de electrones, permitiendo la identificación de la estructura cristalina de un grano así como su orientación y las distorsiones de su red producidas por ejemplo por tensiones locales.

El acero de partida para el conformado es una chapa de DP1000 laminada que se perfiló en forma de sombrero (figura 8a) por la empresa Gestamp Automoción. Al ser un material laminado, su microestructura no será la misma en todas las direcciones, por lo que se estudió teniendo en cuenta las direcciones de observación respecto a la dirección de laminación según la nomenclatura (L (Longitudinal) para dicha dirección de laminación y ST (Short Transverse) y LT (Long Transverse) para las direcciones perpendiculares a L), figura 8b.

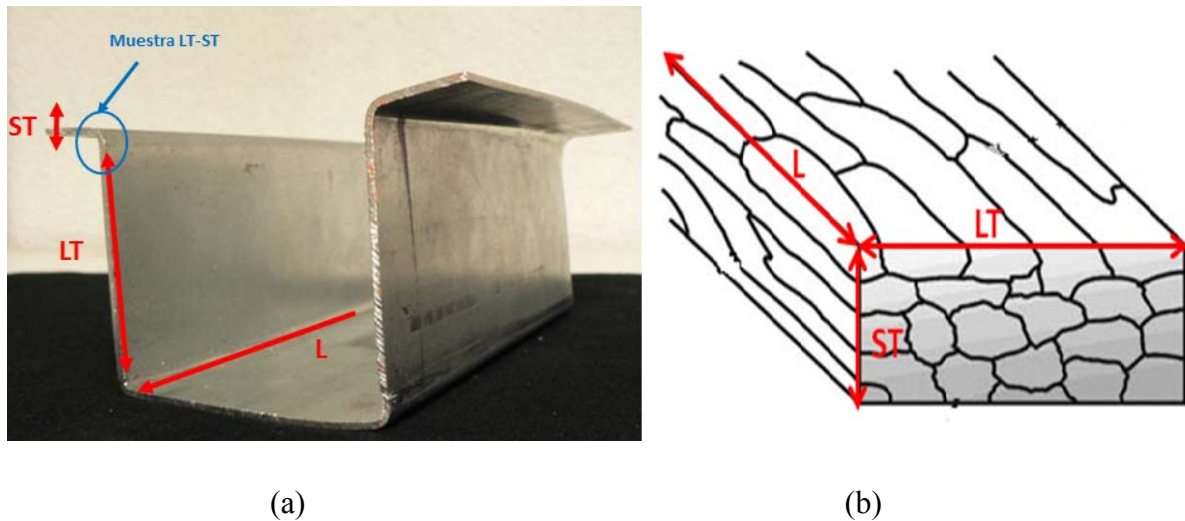


Fig. 8 Lámina perfilada en sombrero (a). Direcciones de laminación del acero DP estudiado (b).

Las muestras se prepararon con diferentes procedimientos metalográficos. La primera parte de la preparación (embutición en resina fenólica y desbaste con papel de lija hasta el grano 1200) se realizó de la misma forma. El pulido a espejo se hizo en todos los casos igual, excepto en la preparación de la muestra para EBSD, donde se utilizó una pulidora automática y condiciones específicas (tabla 1).

En un principio, todas las muestras se atacaron con Nital al 2% por ser el reactivo químico más común para este tipo de acero debido a su capacidad para diferenciar la fase ferrita de la martensita y revelar así mismo los límites de grano de la ferrita. En cambio, a la hora de contabilizar la fracción volumétrica de las fases se decidió utilizar el reactivo conocido como LePera [47] (tabla 1), puesto que éste no ataca tan fuertemente los límites de grano y consecuentemente, los cálculos de las fases son mucho más exactos. Por su parte, la técnica EBSD precisa de un ataque específico con sílice coloidal (tabla 1) ya que de este modo la superficie de la muestra queda libre de tensiones.

El estudio de la dureza del acero DP1000 se realizó mediante un nanoindentador NanoTest 550 de Micro Materials Ltd. Éste lleva acoplado un péndulo en cuyo extremo soporta un indentador de diamante con punta Berkovich y se encuentra en el interior de una cabina de aislamiento acústico y térmico. Tras la calibración del equipo a través del software, éste fue programado para ensayar a dos profundidades de penetración fijas, 500 nm y 5000 nm, siguiendo un patrón de indentaciones diseñado previamente sobre la probeta, con un total de 80 indentaciones. Estos ensayos miden de forma continuada la carga aplicada sobre el material y la profundidad de penetración en ciclos de carga y descarga, proporcionando los

valores de dureza y de módulo de Young, necesarios para estudiar el comportamiento micromecánico de nuestro acero. En la preparación de la superficie de la muestra escogida para realizar las medidas se siguieron los mismos procedimientos metalográficos anteriores, eligiendo como reactivo atacante LePera, ya que éste no ataca tan fuertemente los límites de grano y por ello, podremos visualizar con más facilidad si la huella del nanoindentador cae dentro de un único grano de una fase (ferrita o martensita) o, por el contrario, abarca varias.

Tabla 1. Preparación de las muestras de acero DP1000

| Preparación de las muestras | | | | |
|---|---|--------------------|-------------------|------------------------|
| 1° | Embutición en caliente / Resina: Baquelita | | | |
| 2° | Lijado con papel abrasivo de grano 320, 600, 1200 y 2000 | | | |
| 3° | Pulido con pasta de diamante de 3 μm y 1 μm | | | |
| 4° | Ataque químico | | | |
| | Microestructura | | Fracc. Vol. fases | Microtextura |
| | MO | SEM | SEM | EBSD |
| | Nital al 2%, t=15s | Nital al 2%, t=15s | LePera, t=20s | Sílice coloidal, t=30s |
| Composición y condiciones de los ataques metalográficos | | | | |
| 2% Nital | HNO_3 (2ml) + etanol (98ml) \rightarrow Nital 2% (100ml) | | | |
| LePera | 1% solución acuosa $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 4% ácido pícrico con etanol (1:1; $t_v=3$ min) | | | |
| Sílice coloidal | OP-U (15 ml) y pulidora automática: F=25N, v=150rpm | | | |

Los ensayos de desgaste uni-direccional tipo bola-sobre-disco se llevaron a cabo en un tribómetro CETR-UMT-2 de Bruker, con célula de carga DFH-20-0954 (hasta 20 kg) y módulo bola-sobre-disco. Las dimensiones de las probetas de acero dual-phase DP600 ensayados eran de 100x100mm y como contracuerpo se seleccionaron bolas de corindón de 3mm de diámetro, debido a su elevada dureza y a su baja reactividad química en contacto con estos aceros. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente ($T=25^\circ\text{C}$), con 50% RH y sin lubricante. Se aplicaron cargas de $F=2\text{N}$, durante el recorrido de 2000 ciclos. En primer lugar, se variaron las velocidades de deslizamiento lineal entre $v= 0.1 - 2$ m/s, manteniendo la

frecuencia de contacto constante y en la segunda serie de ensayos, las frecuencias de contacto variaron entre $f = 1 - 11$ Hz, mientras que la velocidad de deslizamiento lineal permanecía constante. En ambos casos, se ajustaron estos parámetros (velocidad de deslizamiento y frecuencia de contacto) al diámetro de los surcos según la relación para los ensayos bola/pin-sobre-disco (ecuación 1).

Para determinar el factor de desgaste se midió el ancho de los surcos mediante el microscopio óptico confocal Sensofar 2300 PL μ y con el software Sensomap se obtuvieron las superficies y los volúmenes desgastados de los trozos de surco medidos. Extrapolándolo a todo el surco y teniendo en cuenta la carga aplicada y la distancia recorrida en cada caso obtuvimos el factor de desgaste usando el modelo de Archard [48] (ecuación 4).

$$W = KFL/H \quad (4)$$

Con W volumen desgastado, K tasa de desgaste, F carga aplicada, L longitud deslizada y H dureza del material.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como es sabido, existe una relación directa entre la estructura de los materiales y sus propiedades; por ello, en este trabajo se comienza con un estudio en profundidad de la microestructura del acero DP1000 para relacionarlo posteriormente con sus propiedades micromecánicas y tribológicas.

4.1 Resultados caracterización microestructural

4.1.1 Microestructura

Las imágenes tomadas en el microscopio óptico fueron realizadas en las direcciones ST y LT de la zona de máxima deformación (codo de la lámina) y en una zona alejada de ésta de forma que se pudiese observar cómo están distribuidas las dos fases que componen este acero y ver en qué medida afecta la deformación (figura 9). El reactivo utilizado para revelar la microestructura fue Nital al 2%, que en el acero dual phase revela la fase ferrita en gris claro y la fase martensita más oscura.

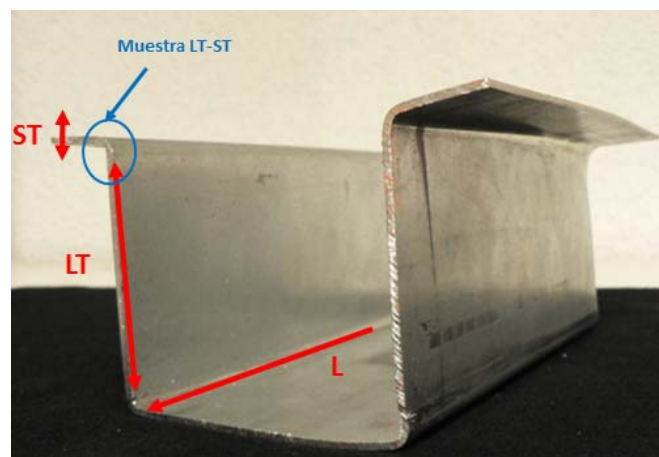


Fig.9 Muestra LT-ST estudiada

En la muestra LT-ST perfilada podemos distinguir dos zonas. En primer lugar, en la zona sin deformar la microestructura mantiene sus características intrínsecas, es decir, una fase ferrítica con fase secundaria de martensita distribuida por toda la matriz (figura 10).

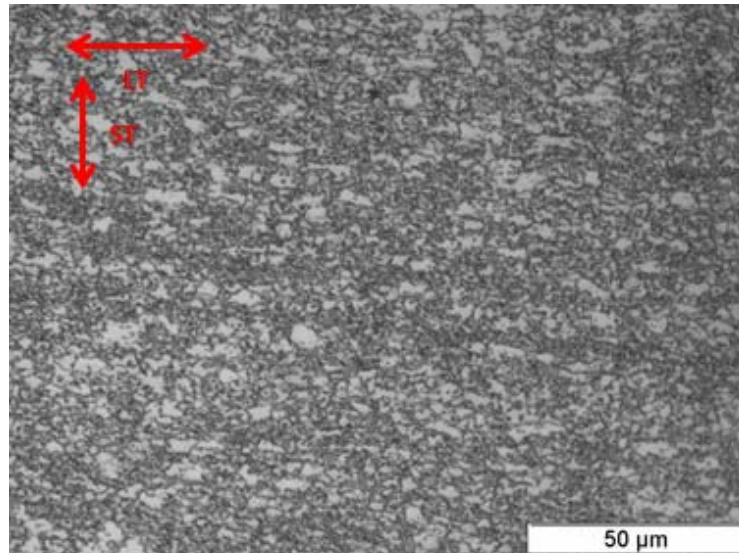


Fig.10 Microestructura del Acero DP1000 observado en el plano LT-ST a 1000x aumentos en la zona sin deformar.

En cambio, en la zona del codo se observa la modificación de la microestructura ocasionada por la deformación. En el interior, el material ha sido sometido a compresión; por lo tanto, se observan los granos de ferrita más redondos y pequeños (figura 11) debido a dicha tensión de compresión aplicada en esta zona de la muestra cuando se ha realizado el perfilado en sombrero. Por el contrario, en el exterior del codo los granos de ferrita se han alargado siguiendo el sentido de la tensión a tracción a la que se han visto sometidos (figura 12).

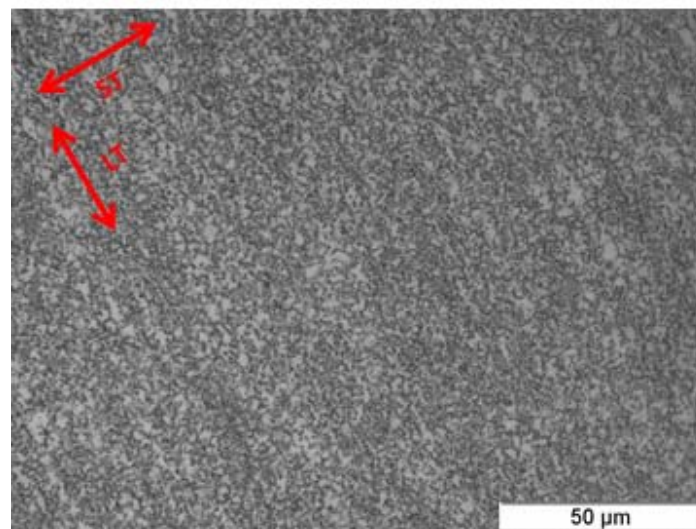


Fig.11 Microestructura del Acero DP1000 observado en el plano LT-ST a 1000x aumentos en la zona interior del codo

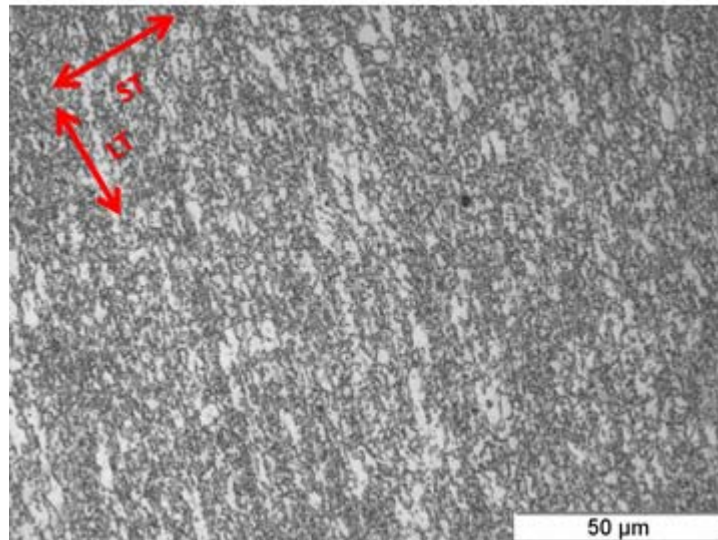


Fig.12 Microestructura del Acero DP1000 observado en el plano LT-ST a 1000x aumentos en la zona exterior del codo

La muestra estudiada en el SEM (JEOL JEM-6500F) fue la muestra perfilada y preparada para observar el plano LT-ST. El ataque para revelar la microestructura se realizó con Nital al 2%. En este caso la fase ferrita aparece como la fase más oscura y la fase martensita como la más clara y en relieve respecto a la matriz ferrítica. La diferencia de tonalidades entre las imágenes del microscopio óptico y las del microscopio electrónico de barrido bajo un mismo reactivo radica en que en el primero de los casos (microscopía óptica) lo que se observa es directamente el color de las fases que adquiere el acero tras ser atacado. En cambio, la microscopía electrónica de barrido realiza un contraste topográfico con electrones secundarios (zona clara: zona en relieve y donde más electrones secundarios se ha detectado; zona oscura: zona en plano inferior, menos electrones secundarios).

Así pues, en las imágenes tomadas de esta muestra (plano LT-ST) se puede diferenciar la zona donde el acero está libre de deformación (figura 13) y la zona en la que la muestra se encuentra sometida a distintas tensiones, lo que hace variar la forma de los granos de ferrita (figuras 14 y 15). Los granos aparecen más redondeados en la figura 14 y con morfología acicular en la figura 15 (resaltados con elipses en rojo).

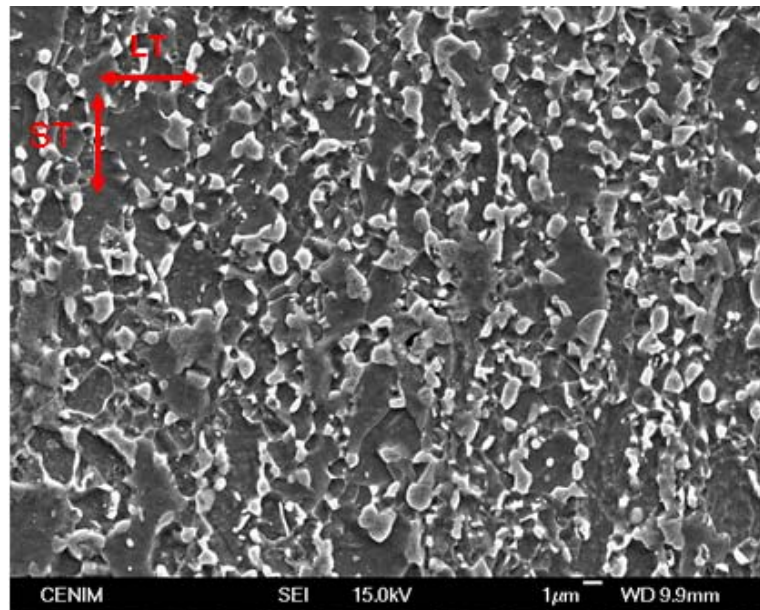


Fig.13 Imágenes SEM (3000x aumentos) de la microestructura del Acero DP1000 observada en el plano LT-ST en la zona sin deformar

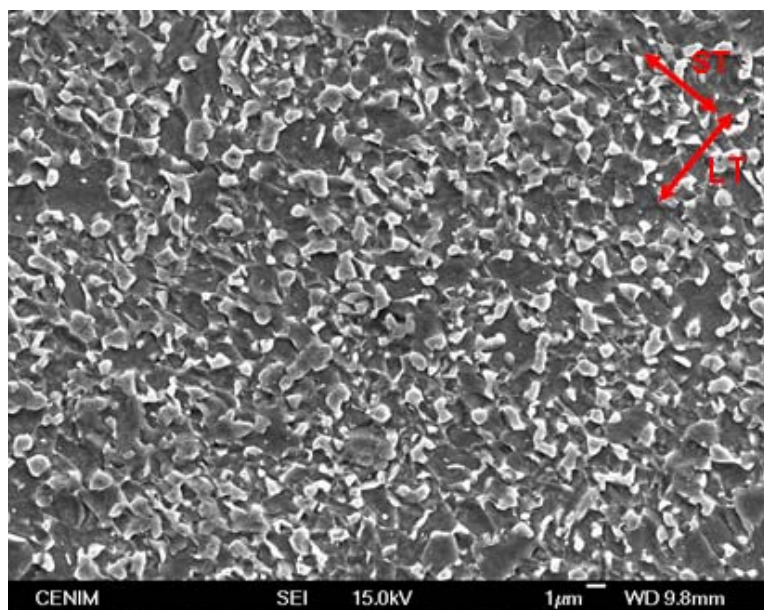


Fig.14 Imágenes SEM (3000x aumentos) de la microestructura del Acero DP1000 observada en el plano LT-ST en la zona interior del codo

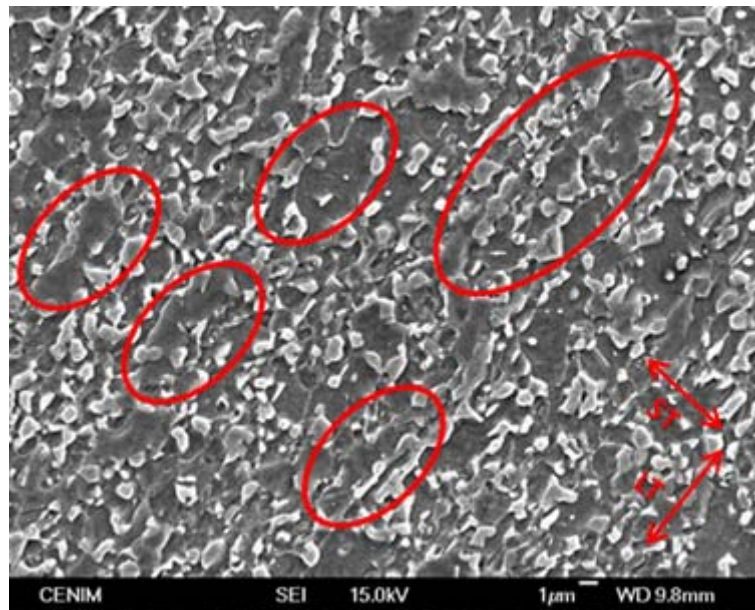


Fig.15 Imágenes SEM (3000x aumentos) de la microestructura del Acero DP1000 observada en el plano LT-ST en la zona exterior del codo

4.1.2 Fracción volumétrica de las fases

Se copió a tinta negra la fase martensita siguiendo la microestructura de cada una de las imágenes de SEM atacadas con LePera pero sin límites de grano (figura 16) y se dejó en blanco la fase ferrita. Este proceso se realizó manualmente puesto que las imágenes SEM con ataque de LePera tienen un contraste insuficiente para que el programa utilizado para calcular la fracción volumétrica (*Analysisdocu*) definiese correctamente los intervalos de intensidad representativos de cada fase mediante valores umbrales.

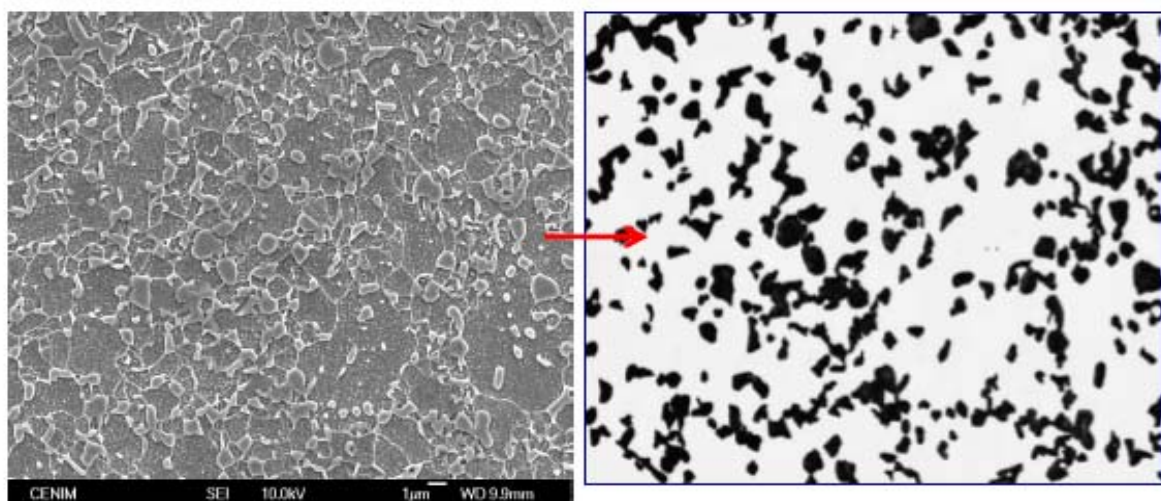


Fig.16 Imagen tomada en el SEM (4000x aumentos) y tratada (sin límites de grano) en el plano L-LT.

La tabla 2 muestra los resultados del volumen de ferrita y martensita calculados. Tal y como se mencionó, el porcentaje de ambas fases depende tanto del contenido en carbono del acero como de la temperatura del tratamiento intercrítico. Para un acero de bajo contenido en carbono y de grano ultrafino ($\sim 1\text{-}2.4\ \mu\text{m}$) [49-51], la fracción volumétrica media de martensita esperable es de aproximadamente el 28% [35]. Así pues, se observa que el valor medio de martensita obtenido en nuestro acero DP1000 se aproxima al valor teórico esperado.

Tabla 2. Fracción volumétrica de las fases: ferrita (V_{α}) y martensita (V_M)

| <i>Imagen</i> | V_{α} (%) | V_M (%) |
|---------------|------------------------------------|-----------------------------|
| 1 | 75,49 | 24,51 |
| 2 | 71,97 | 28,03 |
| 3 | 73,39 | 26,61 |
| 4 | 73,19 | 26,81 |
| Valor medio | 73.51 ± 1.46 | 26.49 ± 1.46 |

4.1.3 Microtextura

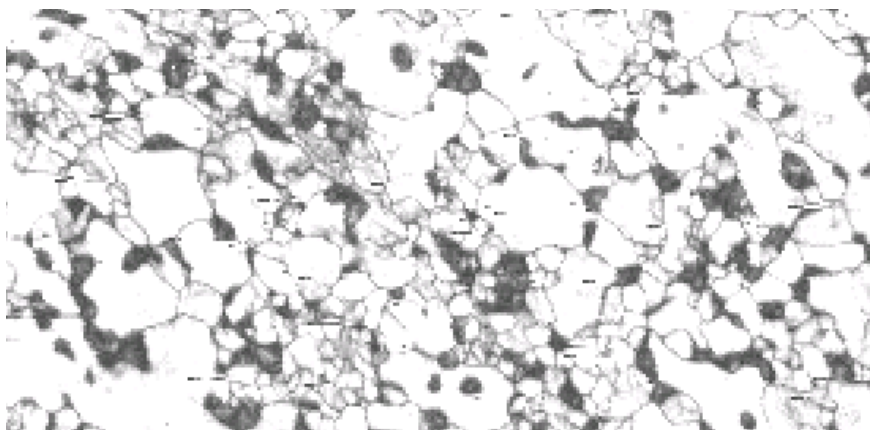
Se tomó una muestra perfilada para estudiar la orientación de los granos del acero en el plano LT-ST comparando una zona sin deformación con una zona con la máxima deformación mediante EBSD. Dentro de esta zona de máxima deformación (codo) se analizó la zona interior, media y exterior. Esta técnica detecta la fase ferrita (Fe bcc) y la representa mediante un intervalo de colores determinados que nos da información sobre la orientación de los granos. Por su parte, cuando se encuentra con otra fase o con alguna zona de muy baja calidad debido a una deformación (por ejemplo) muy severa el mapa lo representa con píxeles negros debido a que el programa no es capaz de asignarlos (indexarlos) a ninguna fase. Además, debido a la baja capacidad de discernir entre bcc (ferrita) y bct (martensita) se optó por no forzar al software a indexar la martensita. Por lo tanto, los puntos no indexados son la suma de posible martensita y ferrita muy deformada. Por esta razón, en la muestra estudiada, la cantidad de puntos sin indexar es sensiblemente mayor en las zonas de máxima deformación (interior y exterior del codo; tabla 3).

Tabla 3. Porcentaje de puntos indexados

| | <i>Ferrita (%)</i> | <i>Zonas sin indexar (%)</i> |
|------------------------------|--------------------|------------------------------|
| Zona sin deformar | 83.69 | 16.31 |
| Zona deformada (codo) | | |
| <i>INTERIOR</i> | 71.99 | 28.01 |
| <i>MEDIO</i> | 83.26 | 16.74 |
| <i>EXTERIOR</i> | 68.87 | 31.13 |

Como se puede observar, el porcentaje de ferrita indexada es distinta al porcentaje de ferrita calculada anteriormente a partir de las imágenes de SEM (tabla 2). Esto es debido a que, como se ha explicado, la cantidad identificada como ferrita por la técnica de EBSD puede incluir no sólo a la fase ferrita sino también a parte de la fase martensita, pues su estructura cristalina (bct) es confundida en ocasiones por el software.

La figura 17 representa el mapa de calidad (IQ, Image Quality) del DP 1000 sin deformar. El mapa de calidad se muestra en una escala de grises que va desde el blanco/gris claro (correspondiente a puntos claramente indexados como ferrita) a distintos tonos de gris oscuro (correspondientes a puntos indexados como ferrita pero cuyo diagrama de Kikuchi presenta diferencias apreciables frente al teórico por tratarse de ferrita muy deformada o por tratarse, en realidad, de martensita).

**Fig.17** Mapa de calidad (IQ) de la zona sin deformar

Por otro lado, en los mapas de figura de polo inversa (IPF; Inverse Pole Figure; figura 18) se puede observar que los granos en esta zona de la muestra, sin deformación, no siguen una tendencia determinada hacia una dirección cristalográfica definida. En el mapa IPF correspondiente a la zona deformada del codo (figuras 19 y 20) tampoco parece mostrar una tendencia media clara hacia ninguna dirección. Del mismo modo ocurre en la zona central del codo (figura 21), donde no se aprecia tendencia alguna de los granos hacia una dirección cristalográfica en concreto.

En estos mapas (IPF) y respecto a la zona de máxima deformación (figura 19 y 20), sí podemos observar, de forma evidente, que el tamaño de los granos y su morfología varían en función de la tensión a la que se encuentra sometida la muestra, es decir, en la zona interior, los granos son más pequeños y redondos (recordar que esta zona está a compresión) y en la zona exterior (muestra sometida a tracción), los granos son más grandes y alargados.

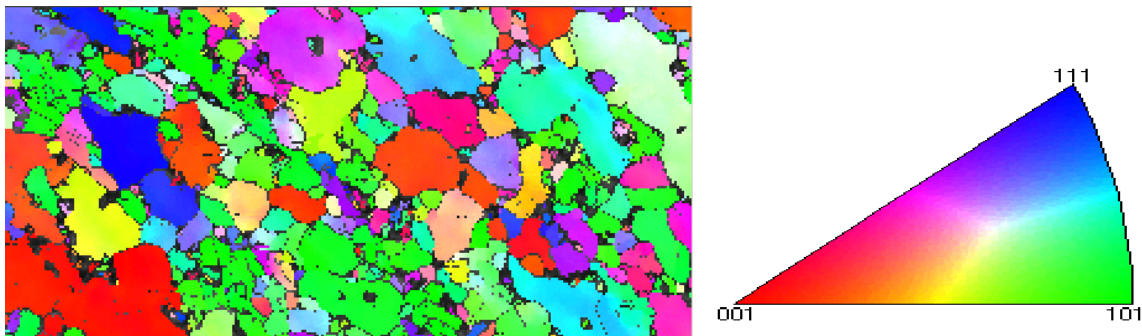


Fig. 18 Mapa IPF de la zona sin deformar.

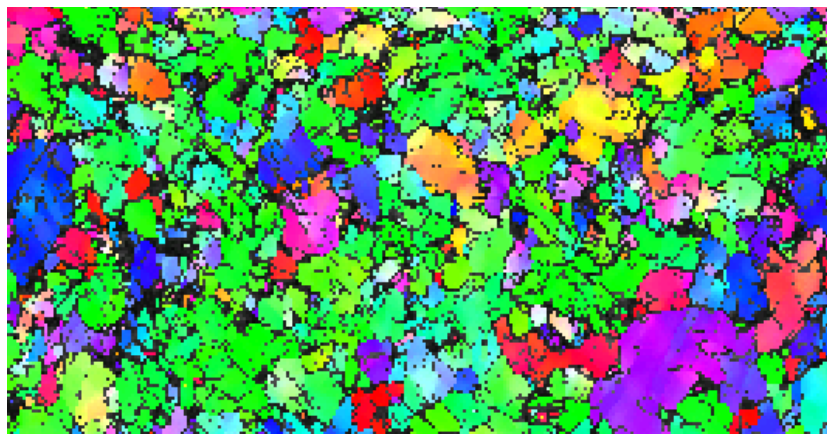


Fig.19 Mapa IPF de la zona deformada del codo; zona interior

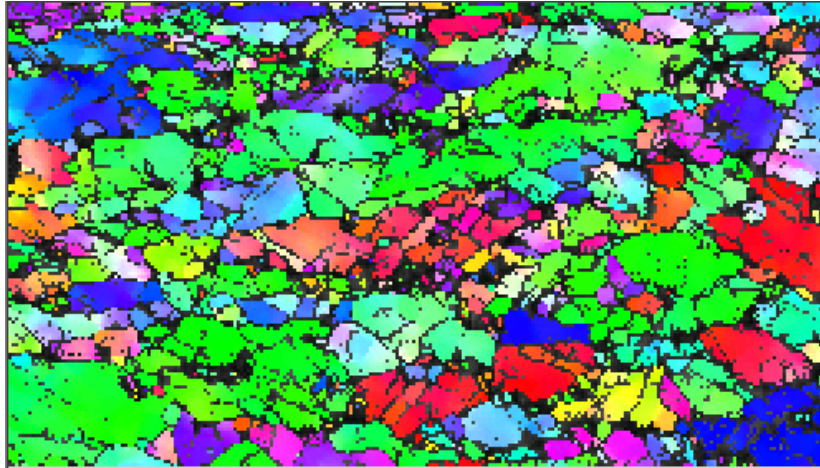


Fig.20 Mapa IPF de la zona deformada del codo; zona exterior

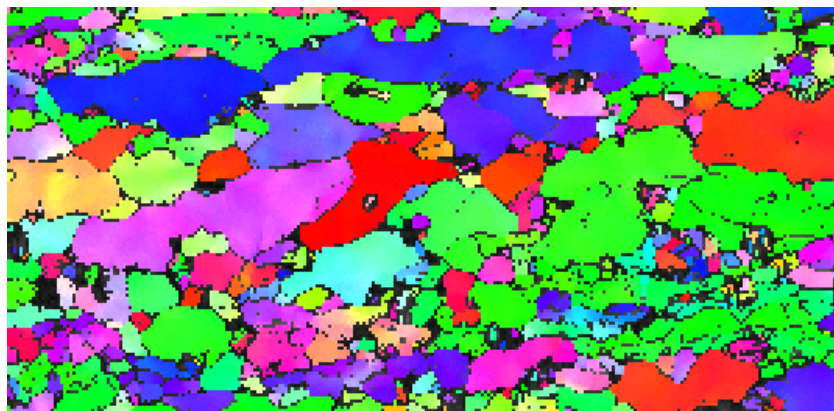


Fig.21 Mapa IPF de la zona central del codo

Por otro lado, en los mapas de desorientación local media obtenidos también por EBSD se muestra que los gradientes de desorientación se encuentran principalmente alrededor de la fase martensita [52]. Esto ocurre de este modo puesto que en los aceros DP la deformación se concentra en la fase ferrítica blanda, rodeando las islas de martensita, y generando una alta tasa de endurecimiento por deformación para estos materiales tras ser conformados. En la zona del material sin deformar (figura 22) se observa una ligera desorientación local. Sin embargo, las imágenes de la zona de máxima deformación (figuras 23 y 24) varían significativamente. En el caso de la zona interior y exterior del codo (figuras 23 y 24 respectivamente), la desorientación media es superior, concentrándose cerca de los granos de martensita donde mayor es el grado de desorientación y por lo tanto la densidad de dislocaciones necesariamente geométricas. Así pues, en estas zonas del codo la ferrita está posiblemente endurecida localmente.

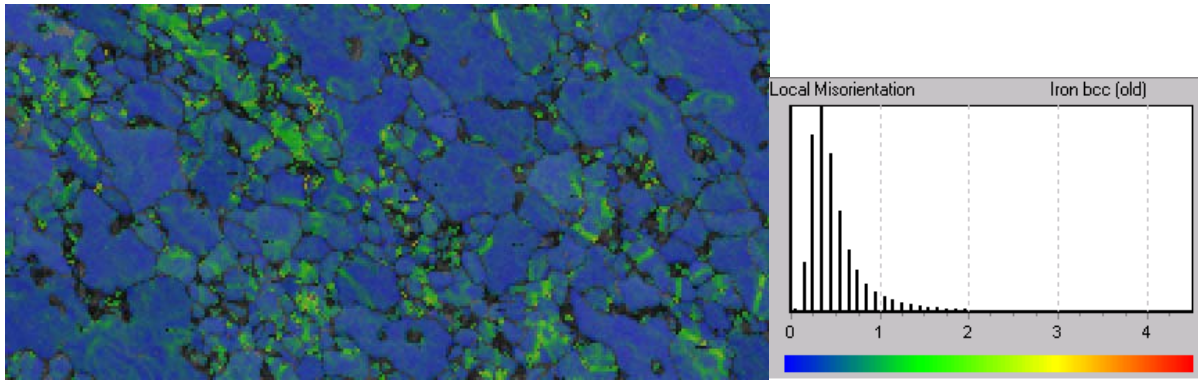


Fig.22 Mapa KAM de la zona sin deformar

En esta ocasión, también podemos observar que el tamaño de los granos y su morfología varían en función de la tensión a la que se encuentra sometida la muestra, al igual que en los mapas IPF de la zona de máxima deformación (figuras 19 y 20). Granos pequeños y redondos en el interior (figura 23) y más grandes y alargados en el exterior (figura 24).

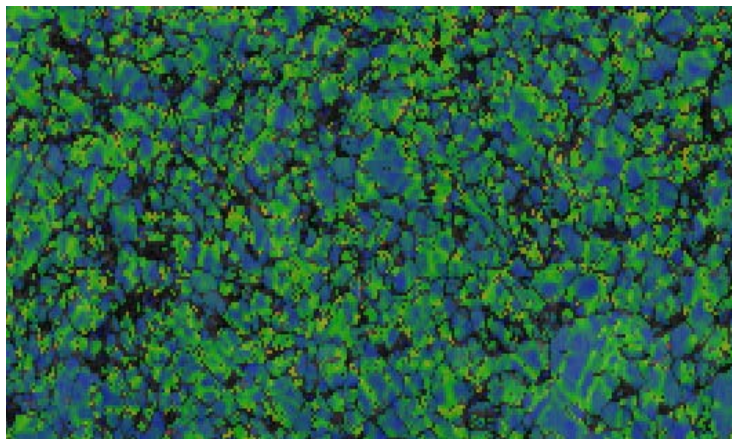


Fig.23 Mapa KAM de la zona deformada del codo; zona interior

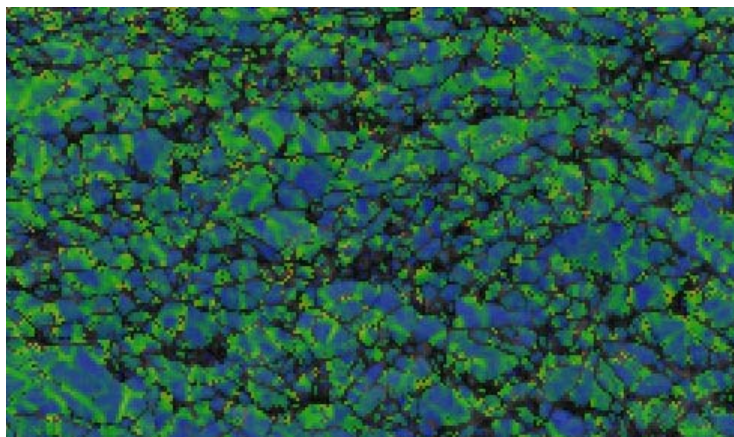


Fig.24 Mapa KAM de la zona deformada del codo; zona exterior

En el caso de la zona central del codo (figura 25), la desorientación media es sensiblemente inferior respecto a las zonas de máxima deformación de codo (interior y exterior).

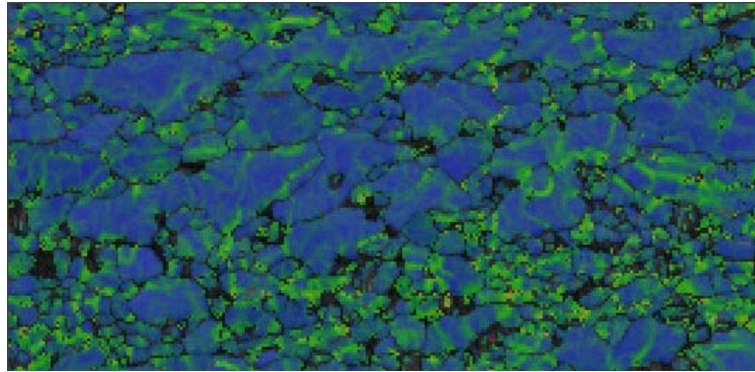


Fig.25 Mapa KAM de la zona central del codo

El tamaño de grano es otro de los parámetros fundamentales a la hora de caracterizar el material. Esto se debe a la relación existente entre dicho tamaño y la resistencia del material, es decir, cuanto menor es el tamaño de grano del acero mayor es la resistencia que éste puede alcanzar [53]. La técnica EBSD es aceptada como herramienta de caracterización cuantitativa en la determinación del tamaño de grano en materiales de grano ultrafino (como es nuestro caso) [54]. Así pues, se obtuvieron resultados sobre el área, el diámetro y el *aspect ratio* de los granos en las mismas zonas en las que se analizaron los mapas de figura de polo inversa y de desorientación media local.

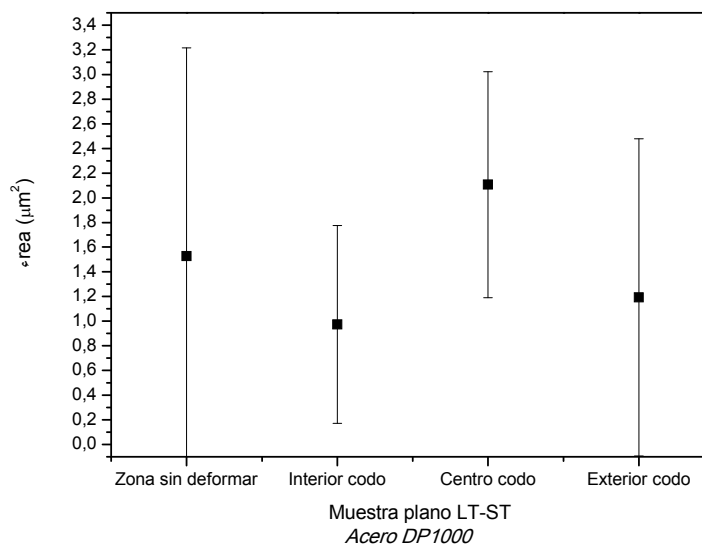
En la tabla 4 se observa como en las zonas de máxima deformación, es decir, las correspondientes al interior y al exterior del codo, los valores de área y de diámetro de los granos son más pequeños, por lo que en esta zona ha debido existir fuertes deformaciones o incluso la rotura de algunos granos.

El *aspect ratio*, por su parte, relaciona la diferencia entre la longitud más larga y la más corta de los granos medidos. Cuanto más se acerque este valor a la unidad, los granos tendrán morfología circular; como cabe esperar, tanto el acero sin deformar como el acero deformado presentan granos de distinta morfología (alargados en mayor o menor medida), lejos de una morfología circular ideal.

Tabla 4. Valores del tamaño de grano en la muestra LT-ST del acero DP1000

| Muestra plano LT-ST | Área (μm^2) | Diámetro (μm) | Aspect ratio |
|-------------------------------------|--|--|---------------------|
| <i>Zona sin deformar</i> | 1.53±1.68 | 1.26±0.60 | 1.85±0.58 |
| <i>Interior codo (z. deformada)</i> | 0.97±0.80 | 1.04±0.38 | 1.82±0.55 |
| <i>Centro codo (z. deformada)</i> | 2.11±0.91 | 1.28±0.80 | 2.11±0.92 |
| <i>Exterior codo (z. deformada)</i> | 1.19±1.28 | 1.12±0.50 | 2.10±0.85 |

Estos valores han sido representados en las figuras 26-28, en donde se aprecia como el tamaño de los granos es ligeramente menor en las zonas de mayor deformación y también se observa que los granos tienen un aspect ratio ligeramente mayor (granos más alargados) en la zona exterior del codo. Sin embargo es necesaria la realización de más medidas para confirmar los resultados debido a los altos valores de dispersión que presentan, haciendo que estas diferencias no sean estadísticamente significativas.

**Fig.26** Representación del área de los granos en la muestra LT-ST del acero DP1000

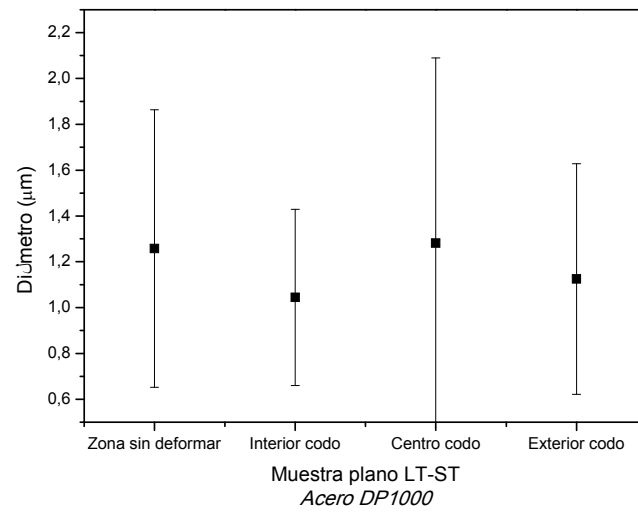


Fig.27 Representación del diámetro de los granos en la muestra LT-ST del acero DP1000

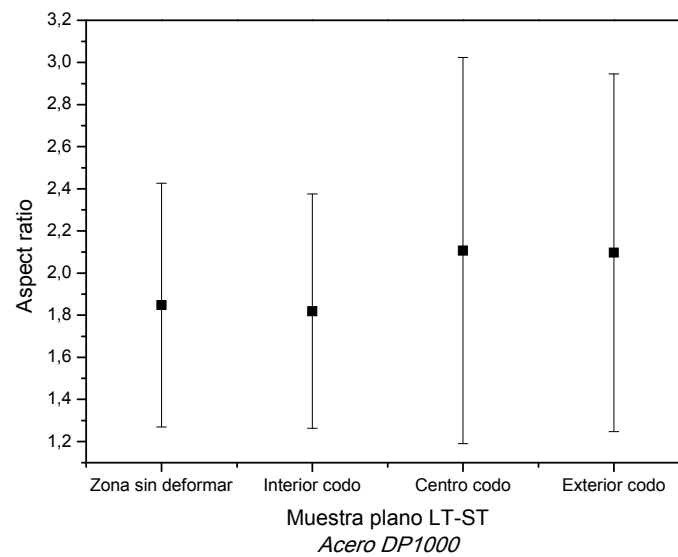


Fig.28 Representación del aspect ratio de la muestra LT-ST del acero DP1000

4.2 Resultados caracterización micromecánica

4.2.1 Ultramicrodureza

En los materiales que presentan varias fases en su estructura, como es el acero DP1000, se tiene que tener especial cuidado a la hora de medir su dureza. La fase ferrita es mucho más blanda que la martensita por lo que al realizar ensayos de ultramicrodureza se tendrá que tener en cuenta las profundidades de penetración, viendo, a su vez, si dicha indentación ha abarcado una o varias fases y así poder interpretar correctamente los valores obtenidos. Esto es, a medida que la indentación empieza a abarcar más de un grano, la dureza deja de depender solamente del efecto del tamaño de grano (ISE) y lo hace, además, de una serie de factores como las fronteras de grano o las fases secundarias [53].

En nuestro caso, las indentaciones realizadas a 500nm y 5000nm de penetración abarcaron más de una fase (figuras 29 y 30) debido al tamaño de grano ultrafino de este acero. Así pues, los valores de dureza medidos serán sólo resultados medios de los valores de dureza de la fase ferrita [53].

De igual modo quedará afectado el módulo de Young del material para los ensayos de ultramicrodureza realizados, es decir, serán valores locales medios dependiendo de las fases que abarcan (más cantidad de ferrita o de martensita), de los tamaños de los granos, etc.

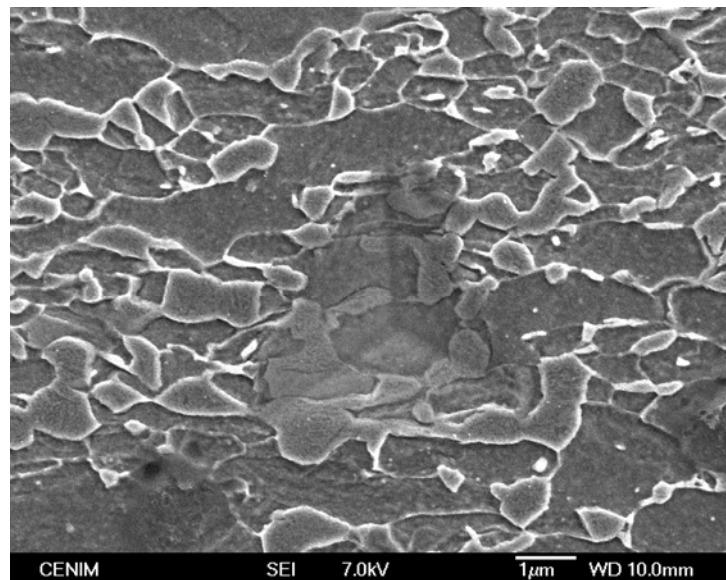


Fig.29 Huellas de las indentaciones a penetraciones de 500nm

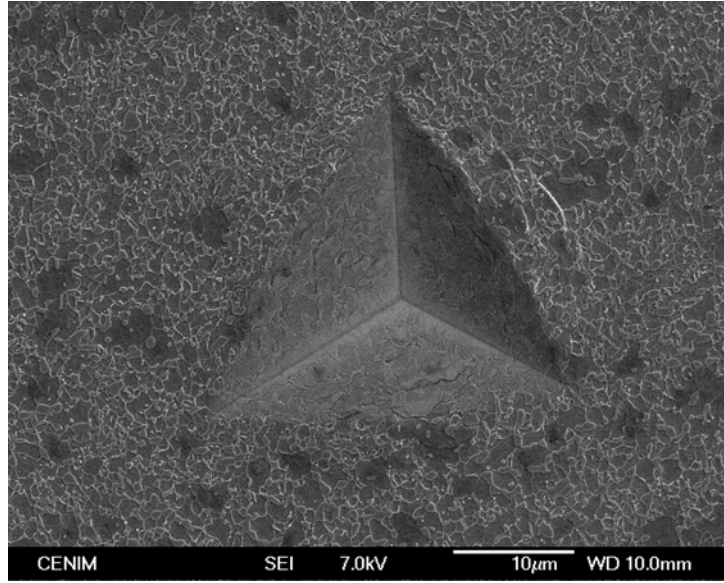


Fig.30 Huellas de las indentaciones a penetraciones de 5000nm

En las curvas de carga y descarga, la dificultad de interpretación de las mismas reside en la determinación de la superficie de contacto bajo carga máxima, a partir de la profundidad de penetración. Por ello, Oliver y Pharr [55-57] desarrollaron un modelo que incluye una corrección para la forma real de la punta del indentador (tipo Berkovich) y a partir del cual se obtienen los valores de dureza y del módulo de Young (ecuación 5) del material ensayado.

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (\text{GPa}^{-1}) \quad (5)$$

Donde E_{eff} , es el módulo reducido (calculado por el programa) (GPa); E_i , el módulo elástico del indentador (GPa); E , el módulo elástico de la muestra (el que queremos calcular) (GPa); ν_i , el coeficiente de Poisson del indentador; ν , el coeficiente de Poisson de la muestra.

La dureza (ecuación 6) dependerá del efecto de tamaño de la indentación que implica que a menores profundidades de penetración la dureza aumenta. La explicación más aceptada sobre este fenómeno fue la dada por Nix y Gao [58, 59], los cuales lo explican como consecuencia de la presencia de dislocaciones almacenadas estadísticamente (SSDs; Statistics Stored Dislocations), creadas por una deformación homogénea y de dislocaciones geométricamente necesarias (GNDs; Geometrically Necessary Dislocations), relacionadas con la curvatura de la red cristalina o con los gradientes de deformación; provocando un endurecimiento del material.

$$H = P/A(h_c) \text{ (GPa)}$$

$$A(h_c) = 24.5 h_c^2 \quad (6)$$

Siendo P , la carga máxima aplicada por el indentador (mN); $A(h_c)$, el área de la indentación con punta Berkovich (nm^2); h_c , la profundidad de contacto.

En el caso del ensayo a una penetración de 500nm, la carga máxima aplicada media se encuentra alrededor de 40 mN (en la curva correspondiente a la indentación elegida de la figura 29 se observa que el valor llega a 42.5 mN; figura 31). Por el contrario, a una penetración superior, la carga a la que llegó el indentador durante el ensayo fue, como cabía esperar, mucho mayor. En esta ocasión las cargas a las que se llegaron se encuentran entre valores de 1400-1600 mN (un ejemplo de ello se muestra en la figura 32).

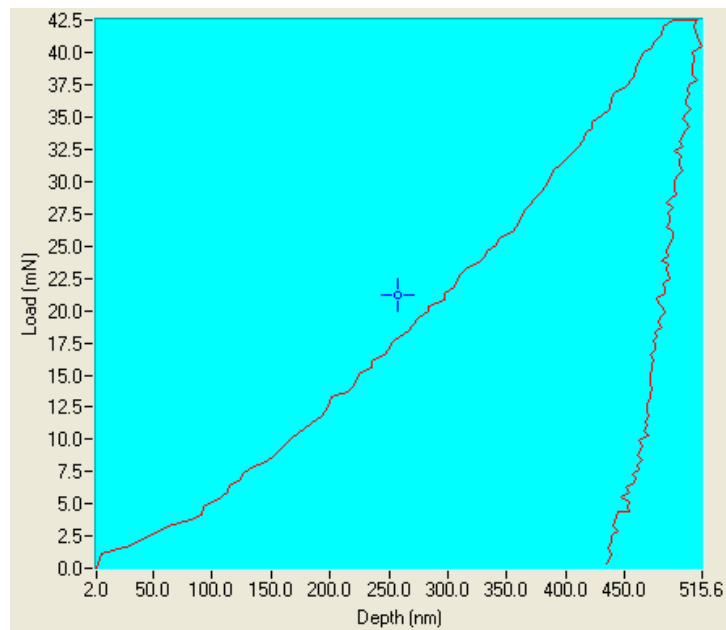


Fig.31 Curvas carga-descarga de las indentaciones realizadas a penetraciones de 500nm

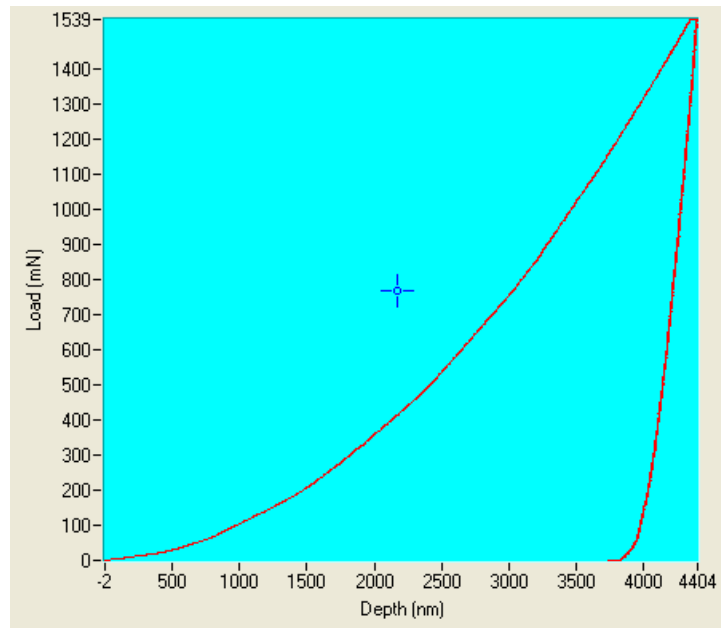


Fig.32 Curvas carga-descarga de las indentaciones realizadas a penetraciones de 5000nm

Los valores de dureza y del módulo de Young obtenidos tras los ensayos a penetraciones de 500nm y de 5000nm en el plano LT-ST se muestran en las tablas 5-8. Observando los resultados obtenidos (tablas 5 y 6), comprobamos que a menores penetraciones mayores valores de dureza, tal y como era de esperar.

En los aceros DP, la ferrita es la fase que experimenta inicialmente endurecimiento cuando el material es deformado [60, 61]. Así pues, en las zonas donde el material haya sufrido mayor deformación el valor de dureza es esperable que sea superior. Esto ocurre en nuestro caso (tablas 5 y 6) donde se puede observar que, tanto en el ensayo a una penetración de 500nm como de 5000nm, los valores de dureza son más altos para la zona interior y exterior del codo respecto a la zona media del codo y la zona sin deformación.

Tabla 5. Valores de dureza en la muestra LT-ST perfilada con una penetración de 500nm

| Muestra_LT-ST | Zona deformada | | | Zona sin deformar |
|----------------|----------------|-----------|-----------|-------------------|
| | INTERIOR | MEDIO | EXTERIOR | |
| H (GPa) | 6.63±0.11 | 6.55±0.10 | 7.23±0.05 | 6.45±0.24 |

Tabla 6. Valores de dureza en la muestra LT-ST perfilada con una penetración de 5000nm

| Muestra_LT-ST | Zona deformada | | | Zona sin deformar |
|----------------|----------------|-----------|-----------|-------------------|
| | INTERIOR | MEDIO | EXTERIOR | |
| H (GPa) | 4.23±0.14 | 3.81±0.10 | 4.00±0.08 | 3.31±0.19 |

Los valores obtenidos de módulo de Young varían sensiblemente entre uno u otro ensayo, siendo mayores a menores penetraciones (tablas 7 y 8). El acero muestra un comportamiento más rígido en las zonas con mayor dureza (zona deformada). La diferencia en los valores absolutos de módulo de Young obtenidos por mediación de ensayos de tracción (macroscópico) y ensayos de ultramicrodureza (microscópico) reside en que para el primero de los ensayos el valor obtenido es el valor medio del material y en el segundo, los valores obtenidos dependen, fuertemente, de las fases (ferrita y martensita), de las fronteras de grano, del tamaño de grano y de las profundidades de penetración, dando por ello, valores medios locales.

Tabla 7. Valores del módulo de Young en la muestra LT-ST perfilada a una penetración de 500nm

| Muestra_LT-ST | Zona deformada | | | Zona sin deformar |
|----------------|----------------|--------------|--------------|-------------------|
| | INTERIOR | MEDIO | EXTERIOR | |
| E (GPa) | 354.82±7.79 | 354.24±10.00 | 363.88±20.12 | 347.09±12.07 |

Tabla 8. Valores del módulo de Young en la muestra LT-ST perfilada a una penetración de 5000nm

| Muestra_LT-ST | Zona deformada | | | Zona sin deformar |
|----------------|----------------|--------------|-------------|-------------------|
| | INTERIOR | MEDIO | EXTERIOR | |
| E (GPa) | 331.44±9.21 | 336.44±10.00 | 300.68±9.11 | 207.29±16.48 |

4.3 Resultados caracterización tribológica

El material de los discos utilizados para la realización de la caracterización tribológica fue el acero dual phase DP600. Este acero posee la misma microestructura que el acero DP1000 pero con porcentaje de fase martensita menor [11, 35].

Se determinó tanto el factor de desgaste como el coeficiente de fricción dinámico en los discos de acero dual phase DP600 durante la realización de los ensayos de desgaste en seco tipo bola-sobre-disco con una carga de $F=2\text{N}$, 2000 ciclos, velocidades de deslizamiento lineal comprendidas entre 0.1 y 2 m/s y frecuencias de contacto entre 1 y 11 Hz. El contracuerpo empleado en todos los casos fueron bolas de corindón de 3 mm de diámetro que no sufrieron desgaste de manera apreciable.

4.3.1 Factor de desgaste

Con la finalidad de obtener una correcta relación entre la velocidad de deslizamiento lineal y la frecuencia de contacto con respecto al factor de desgaste, cuando es el disco el material objeto de estudio, se ensayaron discos de DP600 a tres frecuencias de contacto dadas (figura 33) y a tres velocidades de deslizamiento lineal dadas (figura 34).

La figura 33 muestra la relación entre el factor de desgaste y la velocidad de deslizamiento lineal. En ella se observa que el factor de desgaste aumenta a medida que lo hace la velocidad de deslizamiento lineal, pero este aumento es mayor a valores de frecuencia menores (e.g 1 Hz).

La figura 34 muestra la relación entre el factor de desgaste y la frecuencia de contacto. En este caso, se observa como disminuye el factor de desgaste a medida que la frecuencia de contacto aumenta. Este comportamiento se da incluso para valores constantes de velocidad de deslizamiento lineal.

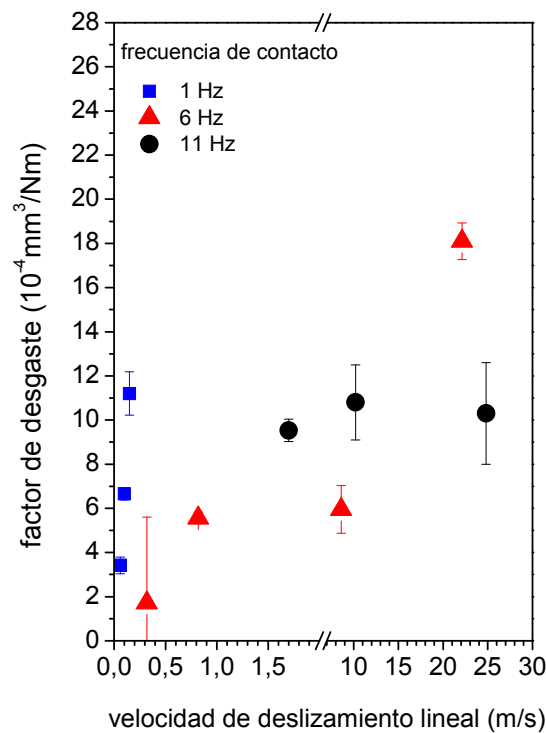


Fig.33 Factor de desgaste frente velocidad de deslizamiento lineal en ensayos tipo bola-sobre-disco en seco entre acero DP600 y bola de corindón a $F=2\text{N}$ y tres frecuencias de contacto dadas.

En vista de los resultados obtenidos, se puede apreciar que el desgaste del disco depende tanto de la velocidad de deslizamiento lineal como de la frecuencia de contacto. Se observa que la relación entre el factor de desgaste y la velocidad de deslizamiento lineal no concuerda con lo predicho en el modelo oxidativo de Quinn [43-45], ya que por una parte la velocidad de deslizamiento lineal no presenta una relación inversamente proporcional con el factor de desgaste y por otra, está el hecho de que en este modelo no menciona si quiera la frecuencia como factor fuertemente dependiente.

En cambio, en la variación propuesta por García et. al [38] el factor de desgaste presenta una relación inversamente proporcional con la frecuencia de contacto. Nuestros resultados (figura 34) coinciden con lo enunciado en el nuevo modelo.

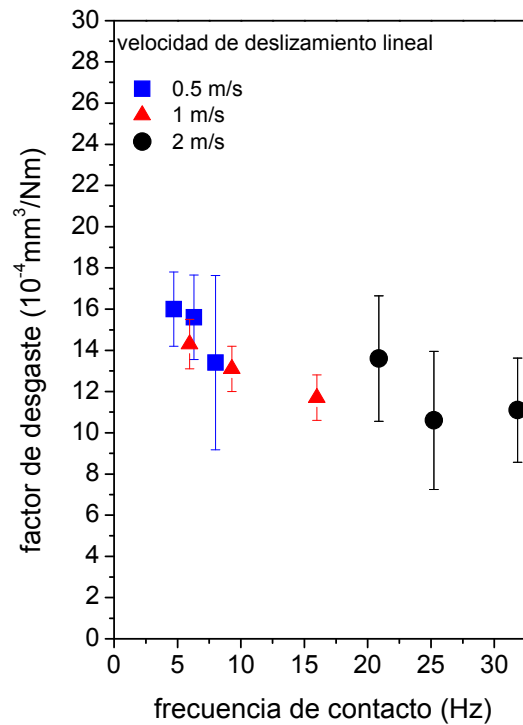


Fig.34 Factor de desgaste frente frecuencia de contacto en ensayos tipo bola-sobre-disco en seco entre acero DP600 y bola de corindón, a $F=2\text{N}$ y tres velocidades de deslizamiento lineal dadas.

4.3.2 Coeficiente de fricción

Las curvas de coeficiente de fricción en función de la distancia deslizada o del tiempo de duración del ensayo presentan dos etapas. La primera de ellas se conoce como etapa *running-in* o *de rodadura* y comprende menos del 5% de la duración total del ensayo, por lo que a la hora de estudiar el coeficiente de fricción entre el par tribológico determinado el efecto del *running-in* no se tendrá en cuenta.

En la figura 35 se observa la relación del coeficiente de fricción frente a la velocidad de deslizamiento lineal a una frecuencia dada de 8Hz. El coeficiente de fricción presenta en general una tendencia lineal decreciente a medida que aumenta la velocidad de deslizamiento lineal, excepto para el valor de $v=1.8\text{m/s}$, posiblemente debido a algún efecto puntual de acumulación de partículas de desgaste en el surco. Este comportamiento del coeficiente de fricción se atribuye normalmente a la fusión puntual del acero en los puntos de contacto entre los dos cuerpos en deslizamiento [39].

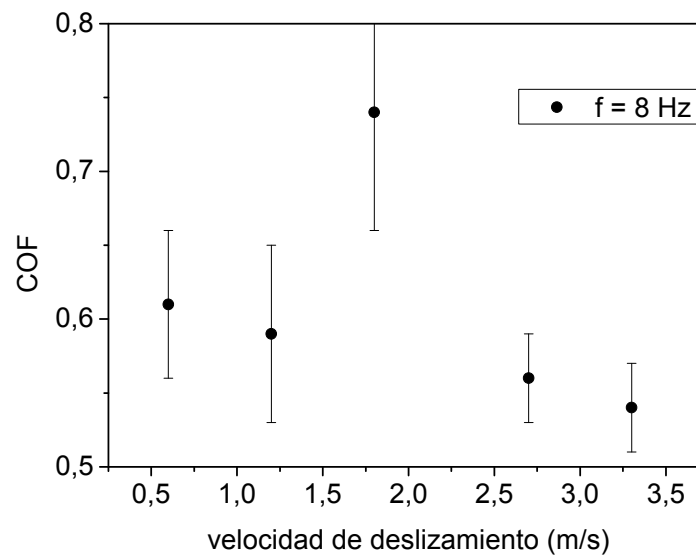


Fig.35 Coeficiente de fricción frente velocidad de deslizamiento lineal DP600 vs corindón a $F=2N$ y $f=8Hz$.

La figura 36 muestra la dependencia del coeficiente de fricción con la frecuencia de contacto. Se observa que a medida que aumenta la frecuencia de contacto el coeficiente de fricción disminuye. Esto parece corroborar que el aumento de la frecuencia de contacto, a velocidad de deslizamiento constante, hace aumentar también la temperatura máxima local, llevando a la fusión local de los puntos de contacto y disminuyendo de este modo el coeficiente de fricción.

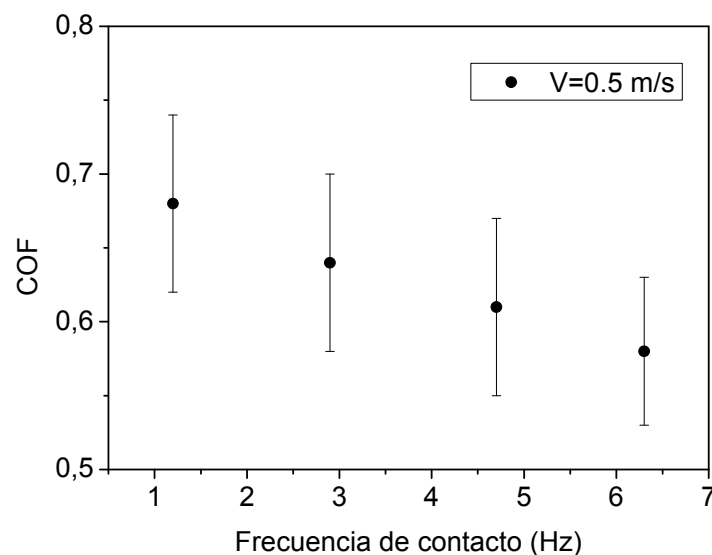


Fig.36 Coeficiente de fricción frente velocidad de deslizamiento lineal DP600 vs corindón a $F=2N$, $v=0.5m/s$.

5. CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que se extraen del trabajo realizado son las siguientes:

1. Tras ser sometido al proceso de perfilado, la zona de máxima deformación del acero DP1000 muestra variaciones en su morfología. Los granos de la fase ferrita en la zona exterior del codo (zona sometida a tracción) son más alargados, siguiendo la dirección LT. En el interior del codo (zona a compresión), los granos de ferrita son más pequeños y redondos, sin seguir ninguna dirección preferente.
2. Tras ser sometido al proceso de perfilado, la desorientación local y el endurecimiento local de los granos de ferrita del acero DP1000 es mayor en la zona deformada y, a su vez, cerca de la fase martensita.
3. El acero DP1000 muestra un comportamiento más rígido, medido mediante ultramicrodureza, en las zonas deformadas.
4. El factor de desgaste del acero DP600 aumenta a medida que aumenta la velocidad lineal, siendo este aumento más abrupto para valores bajos de frecuencia. Por otro lado, el factor de desgaste es inversamente proporcional a la frecuencia de contacto, incluso cuando la velocidad de deslizamiento entre los cuerpos se mantiene constante.
5. El desgaste del acero DP600 parece cumplir un modelo de desgaste oxidativo modificado a partir del modelo clásico de Quinn que refleja la dependencia correcta entre la tasa de desgaste, la velocidad de deslizamiento y la frecuencia de contacto.

6. TRABAJO FUTURO

Trabajo futuro

- Completar la caracterización microestructural del acero DP1000 ampliando el estudio mediante la técnica EBSD a la cuantificación del tamaño de grano.
- Ampliar el estudio sobre el comportamiento mecánico del acero DP1000 con ensayos de nanoindentación reduciendo la profundidad de penetración a 50 nm lo que permitiría la caracterización de granos individuales.
- Realizar ensayos de tracción y doblado a distintas temperaturas ($T=25^{\circ}\text{C}$, 100°C , 200°C y 300°C) para evaluar el efecto de la temperatura en la conformabilidad durante el perfilado
- Continuar con el estudio del desgaste oxidativo en los aceros dual phase (DP600 y DP1000) analizando la naturaleza de las partículas desgastadas según condiciones de ensayo. Identificar las propiedades tribológicas de dichos materiales en los procesos de perfilado de chapa por rodillos mediante ensayos tipo bloque-sobre-anillo para su implementación en los modelos numéricos.

7.REFERENCIAS

1. K. Sweeney, U.G., *The application of roll forming for automotive structural parts*. Journal of Materials Processing Technology, 2003. 132(1): p. 9-15.
2. P. Groche, G.v.B., M. Jöckel, A. Zettler. *New Concepts for Future Roll Forming Applications*. in ICIT2003. 2003. Celje, Slovenia.
3. Lindgren, M., *Cold roll forming of a U-channel made of high strength steel*. Journal of Materials Processing Technology, 2006. 186(5): p. 77-81.
4. Hamid Azizi-Alizamini, M.M.a.W.J.P., *Formation of Ultrafine Grained Dual Phase Steels through Rapid Heating*. ISIJ International 2011. 51(6): p. 958-964.
5. Cui, X., et al., *Design of lightweight multi-material automotive bodies using new material performance indices of thin-walled beams for the material selection with crashworthiness consideration*. Materials & Design, 2011. 32(2): p. 815-821.
6. Han, Q.-h., et al., *Microstructure and Properties of Mo Microalloyed Cold Rolled DP1000 Steels*. Journal of Iron and Steel Research, International, 2011. 18(5): p. 52-58.
7. Hayat, F., *Comparing Properties of Adhesive Bonding, Resistance Spot Welding, and Adhesive Weld Bonding of Coated and Uncoated DP 600 Steel*. Journal of Iron and Steel Research, International, 2011. 18(9): p. 70-78.
8. Huh, H., et al., *Dynamic tensile characteristics of TRIP-type and DP-type steel sheets for an auto-body*. International Journal of Mechanical Sciences, 2008. 50(5): p. 918-931.
9. Jha, G., et al., *Development of hot rolled steel sheet with 600MPa UTS for automotive wheel application*. Materials Science and Engineering: A, (0).
10. Kim, D., et al., *Macro-performance evaluation of friction stir welded automotive tailor-welded blank sheets: Part II – Formability*. International Journal of Solids and Structures, 2010. 47(7–8): p. 1063-1081.
11. Oliver, S., T.B. Jones, and G. Fournalis, *Dual phase versus TRIP strip steels: Microstructural changes as a consequence of quasi-static and dynamic tensile testing*. Materials Characterization, 2007. 58(4): p. 390-400.
12. Ozturk, F., S. Toros, and S. Kilic, *Tensile and Spring-Back Behavior of DP600 Advanced High Strength Steel at Warm Temperatures*. Journal of Iron and Steel Research, International, 2009. 16(6): p. 41-46.
13. Ramazani, A., et al., *Modelling the effect of microstructural banding on the flow curve behaviour of dual-phase (DP) steels*. Computational Materials Science, 2012. 52(1): p. 46-54.
14. Romero, P., et al., *Laser assisted conical spin forming of dual phase automotive steel. Experimental demonstration of work hardening reduction and forming limit extension*. Physics Procedia, 2010. 5, Part B(0): p. 215-225.
15. Sodjit, S. and V. Uthaisangskuk, *Microstructure based prediction of strain hardening behavior of dual phase steels*. Materials & Design, 2012. 41(0): p. 370-379.
16. El-Sesy, I.A. and Z.M. El-Baradie, *Influence carbon and/or iron carbide on the structure and properties of dual-phase steels*. Materials Letters, 2002. 57(3): p. 580-585.
17. www.worldautosteel.org.

18. Rashid, M.S., *Dual Phase Steels*. Ann. Rev. Mater. Sci., 1981. 11: p. 245-266.
19. Lorusso, H., *PROPIEDADES MECÁNICAS Y CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE DIFERENTES ACEROS DUAL-PHASE*. CONAMET/SAM, 2008.
20. Zhao Zheng-zhi, J.G.-c., Niu Feng, Tang Di, Zhao Ai-min, *Microstructure evolution and mechanical properties of 1000 MPa cold rolled dual-phase steel*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2009. 19: p. 563-568.
21. Farabi, N., D.L. Chen, and Y. Zhou, *Microstructure and mechanical properties of laser welded dissimilar DP600/DP980 dual-phase steel joints*. Journal of Alloys and Compounds, 2011. 509(3): p. 982-989.
22. Wu-rong, W., et al., *The limit drawing ratio and formability prediction of advanced high strength dual-phase steels*. Materials & Design, 2011. 32(6): p. 3320-3327.
23. Al-Abbasi, F.M. and J.A. Nemes, *Characterizing DP-steels using micromechanical modeling of cells*. Computational Materials Science, 2007. 39(2): p. 402-415.
24. Rajnesh Tyagi, S.K.N., S. Ray, *Effect of Martensite Content on Friction and Oxidative Wear Behaviour of 0.42 Pct Carbon Dual-Phase*; Metallurgical and Materials Transactions A, 2002. 33A: p. 3479-3488.
25. V. H. Baltazar Hernandez, M.L.K., M. I. Khan and Y. Zhou, *Influence of Microstructure and weld size on dissimilar AHSS resistance spot welds*. Science and Technology of Welding and Joining, 2008. 13(8): p. 769-776.
26. Shoujin Sun, M.P., *Properties of thermomechanically processed dual-phase steels containing fibrous martensite*. Materials Science and Engineering: A, 2002. 335: p. 298-308.
27. Tsipouridis, P., *Mechanical properties of dual-phase steels*, in *Fakultät für Maschinenwesen der Technischen*. 2006, Universität München: München.
28. Pouranvari, M., *Tensile Strength and Ductility of Ferrite-Martensite Dual Phase Steels*. Metalurgija-Journal of Metallurgy, 2010. 16(3): p. 187-194.
29. Wasén, J. and B. Karlsson, *Influence of prestrain and ageing on near-threshold fatigue crack growth in fine-grained dual-phase steels*. International Journal of Fatigue, 1989. 11(6): p. 395-405.
30. Kumar, A., S.B. Singh, and K.K. Ray, *Influence of bainite/martensite-content on the tensile properties of low carbon dual-phase steels*. Materials Science and Engineering: A, 2008. 474(1-2): p. 270-282.
31. Bhagavathi, L.R., G.P. Chaudhari, and S.K. Nath, *Mechanical and corrosion behavior of plain low carbon dual-phase steels*. Materials & Design, 2011. 32(1): p. 433-440.
32. Meng, Q., et al., *Effect of water quenching process on microstructure and tensile properties of low alloy cold rolled dual-phase steel*. Materials & Design, 2009. 30(7): p. 2379-2385.
33. Luo, J.-j., et al., *Heat Treatment of Cold-Rolled Low-Carbon Si-Mn Dual Phase Steels*. Journal of Iron and Steel Research, International, 2010. 17(1): p. 54-58.
34. Liedl, U., S. Taint, and E.A. Werner, *An unexpected feature of the stress-strain diagram of dual-phase steel*. Computational Materials Science, 2002. 25(1-2): p. 122-128.
35. Park, K.T., et al., *Ultrafine grained dual phase steel fabricated by equal channel angular*

- pressing and subsequent intercritical annealing*. Scripta Materialia, 2004. 51(9): p. 909-913.
36. Williams, J.A., *Wear and wear particles—some fundamentals*. Tribology International, 2005. 38(10): p. 863-870.
 37. C. Navas, I.G., Xingpu Ye, J. de Damborenea, J.P. Celis, *Role of contact frequency on the wear rate of steel in discontinuous sliding contact conditions*. Wear, 2006. 260: p. 1096-1103.
 38. García, I., A. Ramil, and J.P. Celis, *A mild oxidation model valid for discontinuous contacts in sliding wear tests: role of contact frequency*. Wear, 2003. 254(5–6): p. 429-440.
 39. Lim, S.C. and M.F. Ashby, *Overview no. 55 Wear-Mechanism maps*. Acta Metallurgica, 1987. 35(1): p. 1-24.
 40. Ashby, M.F. and S.C. Lim, *Wear-mechanism maps*. Scripta Metallurgica et Materialia, 1990. 24(5): p. 805-810.
 41. Quinn, T.F.J. and W.O. Winer, *The thermal aspects of oxidational wear*. Wear, 1985. 102(1–2): p. 67-80.
 42. Quinn, T.F.J., *Computational methods applied to oxidational wear*. Wear, 1996. 199(2): p. 169-180.
 43. Quinn, T.F.J., *Oxidational wear modelling: I*. Wear, 1992. 153(1): p. 179-200.
 44. Quinn, T.F.J., *Oxidational wear modelling: Part II. The general theory of oxidational wear*. Wear, 1994. 175(1–2): p. 199-208.
 45. Quinn, T.F.J., *Oxidational wear modelling Part III. The effects of speed and elevated temperatures*. Wear, 1998. 216(2): p. 262-275.
 46. Olaf Engler, V.R., *Introduction to Texture Analysis. Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping*. 2nd ed, ed. T.F.G. CRC Press. 2010.
 47. LePera, F.S., *Improved etching technique for the determination of percent martensite in high-strength dual-phase steels*. Metallography, 1979. 12(3): p. 263-268.
 48. Archard, J.F., *Friction between metal surfaces*. Wear, 1986. 113(1): p. 3-16.
 49. Calcagnotto, M., et al., *Deformation and fracture mechanisms in fine- and ultrafine-grained ferrite/martensite dual-phase steels and the effect of aging*. Acta Materialia, 2011. 59(2): p. 658-670.
 50. Calcagnotto, M., D. Ponge, and D. Raabe, *Effect of grain refinement to 1 μm on strength and toughness of dual-phase steels*. Materials Science and Engineering: A, 2010. 527(29–30): p. 7832-7840.
 51. Son, Y.I., et al., *Ultrafine grained ferrite–martensite dual phase steels fabricated via equal channel angular pressing: Microstructure and tensile properties*. Acta Materialia, 2005. 53(11): p. 3125-3134.
 52. Calcagnotto, M., et al., *Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD*. Materials Science and Engineering: A, 2010. 527(10–11): p. 2738-2746.
 53. Delincé, M., P.J. Jacques, and T. Pardoen, *Separation of size-dependent strengthening contributions in fine-grained Dual Phase steels by nanoindentation*. Acta Materialia, 2006. 54(12): p. 3395-3404.

-
54. R. Song, D.P., D. Raabe, *Grain size and grain boundary characterization in ultrafine grain steel*: Max Planck Institut für Eisenforschung; Düsseldorf.
 55. Y.W. Bao, W.W., Y.C. Zhou, *Investigation of the relationship between elastic modulus and hardness based on depth-sensing indentation measurements*. Acta Materialia, 2004. 52: p. 5397-5404.
 56. A.Rico, M.A.G., J. Rodriguez, *Problemática en la determinación de módulo elástico y dureza de materiales cerámicos de alta rigidez mediante indentación*. Boletín Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2008. 47(2): p. 110-116.
 57. M.A. Altuna, I.G., *Aplicación de técnicas de nanoindentación y EBSD en aceros con microestructuras complejas*. Revista de Metalurgia, 2008. 44(1): p. 19-28
 58. Nix, W.D. and H. Gao, *Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1998. 46(3): p. 411-425.
 59. Huang, Y., et al., *A model of size effects in nano-indentation*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 2006. 54(8): p. 1668-1686.
 60. Pouranvari, E.N.B.a.M. *EFFECT OF MARTENSITE VOLUME FRACTION ON THE WORK HARDENING BEHAVIOR OF DUAL PHASE STEELS*. in *Metal 2009*. 2008. Hradec nad Moravici.
 61. Jiang, Z., Z. Guan, and J. Lian, *Effects of microstructural variables on the deformation behaviour of dual-phase steel*. Materials Science and Engineering: A, 1995. 190(1-2): p. 55-64.